

#3 03co

PATENT

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: Yoichi KAMIKORIYAMA et al. Confirmation No. 6661  
Appl. No.: 10/074,010 Group: Unassigned  
Filed: February 14, 2002 Examiner: Unassigned  
For: AQUEOUS NICKEL SLURRY, METHOD FOR PREPARING  
THE SAME AND CONDUCTIVE PASTE

L E T T E R

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, DC 20231

Date: May 15, 2002

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2001-038113	FEBRUARY 15, 2001

A certified copy of the above-noted application is attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 25-0120 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

YOUNG & THOMPSON

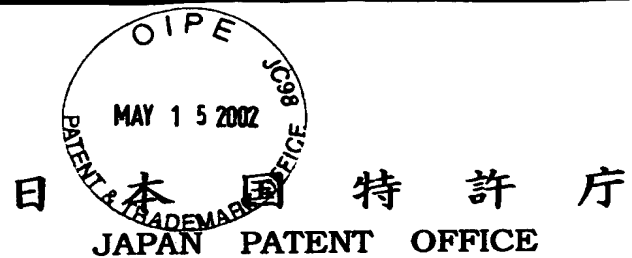
By

Robert J. Patch, #17,355

Ref. 8036-1001

745 South 23<sup>rd</sup> Street, Suite 200  
Arlington, Virginia 22202  
(703) 521-2297

Attachment



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2001年 2月15日

出願番号

Application Number:

特願2001-038113

[ST.10/C]:

[JP2001-038113]

出願人

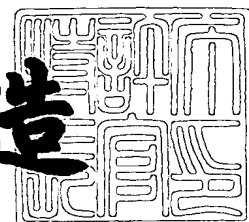
Applicant(s):

三井金属鉱業株式会社

2002年 2月 8日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2002-3004939

【書類名】 特許願

【整理番号】 MM13-002

【提出日】 平成13年 2月15日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B22F 9/00

【発明者】

    【住所又は居所】 埼玉県上尾市原市 1 3 3 3 - 2 三井金属鉱業株式会社  
                                総合研究所内

    【氏名】 上郡山 洋一

【発明者】

    【住所又は居所】 埼玉県上尾市原市 1 3 3 3 - 2 三井金属鉱業株式会社  
                                総合研究所内

    【氏名】 尾形 純和

【特許出願人】

    【識別番号】 000006183

    【氏名又は名称】 三井金属鉱業株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100080159

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 渡辺 望稔

    【電話番号】 3864-4498

【選任した代理人】

    【識別番号】 100090217

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 三和 晴子

    【電話番号】 3864-4498

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 006910

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9712717

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 安定な高濃度水性ニッケルスラリー、その製造方法及び導電ペースト

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水と、個々のニッケル粒子表面に不溶性無機酸化物が固着しているニッケル微粉末と、ポリアクリル酸、そのエステル又はその塩と、有機基置換水酸化アンモニウムとを含むことを特徴とする安定な高濃度水性ニッケルスラリー。

【請求項 2】

水と、個々のニッケル粒子表面に不溶性無機酸化物が固着しているニッケル微粉末と、ポリアクリル酸、そのエステル又はその塩と、有機基置換水酸化アンモニウムと、ヒドロキシル基含有アミン化合物とを含むことを特徴とする安定な高濃度水性ニッケルスラリー。

【請求項 3】

水と、個々のニッケル粒子表面にシリカが固着しているニッケル微粉末と、ポリアクリル酸アンモニウムと、水酸化テトラアルキルアンモニウムとを含むことを特徴とする安定な高濃度水性ニッケルスラリー。

【請求項 4】

水と、個々のニッケル粒子表面にシリカが固着しているニッケル微粉末と、ポリアクリル酸アンモニウムと、水酸化テトラアルキルアンモニウムと、イミノジエタノールとを含むことを特徴とする安定な高濃度水性ニッケルスラリー。

【請求項 5】

個々のニッケル粒子表面に不溶性無機酸化物が固着しているニッケル微粉末を水中に分散させ、その中にポリアクリル酸、そのエステル又はその塩と、有機基置換水酸化アンモニウムとを添加し、攪拌することを特徴とする安定な高濃度水性ニッケルスラリーの製造方法。

【請求項 6】

個々のニッケル粒子表面に不溶性無機酸化物が固着しているニッケル微粉末を水中に分散させ、その中にポリアクリル酸、そのエステル又はその塩と、有機基

置換水酸化アンモニウムと、ヒドロキシル基含有アミン化合物とを添加し、攪拌することを特徴とする安定な高濃度水性ニッケルスラリーの製造方法。

【請求項 7】

請求項 1、2、3 又は 4 記載の安定な高濃度水性ニッケルスラリーからなることを特徴とする積層セラミックコンデンサ形成用導電ペースト。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は安定な高濃度水性ニッケルスラリー、その製造方法及び積層セラミックコンデンサ形成用導電ペーストに関し、より詳しくは、ニッケル微粉末が高濃度で安定に分散しており、そのまま積層セラミックコンデンサ形成用導電ペーストとして使用できる水性ニッケルスラリー、その製造方法及び積層セラミックコンデンサ形成用導電ペーストに関する。

【0002】

【従来の技術】

積層セラミックコンデンサは交互に積層された複数のセラミック誘電体層と内部電極層とが一体化したものである。このような積層セラミックコンデンサは、例えば次のような方法で製造される。セラミック誘電体材料をスラリー化し、一方、内部電極材料である金属微粉末をペースト化して導電ペーストを調製する。該セラミック誘電体スラリーからグリーンシートを形成し、該導電ペーストを用いて該グリーンシート上に印刷し、セラミック誘電体グリーンシートと導電ペースト層とを交互に層状に複数層積層するか、又は該セラミック誘電体スラリーと該導電ペーストとを交互にスクリーン印刷してセラミック誘電体層と導電ペースト層とを交互に複数層積層する。次いで、加熱圧着して一体化した後、還元性雰囲気中、高温で焼成してセラミック誘電体層と内部電極層とを一体化させる。

【0003】

この内部電極材料として、従来は白金、パラジウム、銀-パラジウム等が使用されていたが、コスト低減のために、近時にはこれらの白金、パラジウム、銀-パラジウム等の貴金属の代わりにニッケル等の卑金属を用いる技術が開発され、

進歩してきている。また、一般に、積層セラミックコンデンサの内部電極の形成に用いられる導電ペーストは、導電性を付与するニッケル粉の他に、必要に応じてガラス物質等の無機材料やその他の添加剤を有機バイнда、有機溶剤等からなるビヒクル中に添加し、均一に混合、分散させて製造される。

## 【0004】

また、上記の積層セラミックコンデンサ等は近年ますます小型化しており、必然的にセラミック誘電体層及び内部電極層の薄膜化、多層化が進み、現在積層部品、特に積層セラミックコンデンサについては、誘電体層厚 $2\mu\text{m}$ 以下、内部電極膜厚 $1.5\mu\text{m}$ 以下、積層数400層以上の部品が作られている。

## 【0005】

近年、さらに高積層のチップを得るために、内部電極層のさらなる薄膜化を目的にして種々の技術が提案されており、その中には、従来の有機系導電ペーストの代わりに水系導電ペーストを用いる技術がある。水系導電ペーストの使用は環境衛生の面でも注目されている。

## 【0006】

一般に、乾式反応もしくは湿式反応により製造されたままの状態の金属粉は程度の差はあっても何れも凝集しており、また粒子径が小さくなればなるほどその凝集の度合いは強くなる。

ニッケル粉においても、乾式もしくは湿式の何れの反応法でも製造できるが、勿論この凝集の問題は大きい。また、解砕処理によって解凝集したとしても、水中では経時的に再凝集してしまう。

## 【0007】

再凝集の問題を解消して高濃度の水性ニッケルスラリーを得るために種々の分散剤や界面活性剤を添加した状態でニッケル粉を解砕処理する研究も行なわれているが、スラリー中のニッケル濃度は一般的には10質量%程度であり、20質量%を超えることはできなかった。たとえ、一時的に高濃度の水性ニッケルスラリーが得られたとしても、再凝集が生じるために水性ニッケルスラリーを安定に保つことはできなかった。従って、高濃度で安定な水性ニッケルスラリーを得ることはできなかった。

【 0 0 0 8 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、ニッケル微粉末が高濃度で安定に分散しており、そのまま積層セラミックコンデンサ形成用導電ペーストとして使用できる安定な高濃度水性ニッケルスラリー、その製造方法及び積層セラミックコンデンサ形成用導電ペーストを提供することを課題としている。

【 0 0 0 9 】

【課題を解決するための手段】

本発明者等は上記の課題を達成するために種々の仮説に基づいて試行錯誤を重ねた結果、個々のニッケル粒子表面に特定の物質を固着させておき、且つ水中に特定の化合物を溶解させておくことによりニッケル微粉末が高濃度で安定に分散できることを幸運にも見だし、さらに研究を重ねて発明を完成した。

【 0 0 1 0 】

即ち、本発明の安定な高濃度水性ニッケルスラリーは、水と、個々のニッケル粒子表面に不溶性無機酸化物が固着しているニッケル微粉末と、ポリアクリル酸、そのエステル又はその塩と、有機基置換水酸化アンモニウムとを含むことを特徴とし、更にヒドロキシル基含有アミン化合物を含むことが好ましい。

【 0 0 1 1 】

また、本発明の安定な高濃度水性ニッケルスラリーは、具体的には、水と、個々のニッケル粒子表面にシリカが固着しているニッケル微粉末と、ポリアクリル酸アンモニウムと、水酸化テトラアルキルアンモニウムとを含むことを特徴とし、更にイミノジエタノールを含むことが好ましい。

【 0 0 1 2 】

本発明の安定な高濃度水性ニッケルスラリーの製造方法は、個々のニッケル粒子表面に不溶性無機酸化物が固着しているニッケル微粉末を水中に分散させ、その中にポリアクリル酸、そのエステル又はその塩と、有機基置換水酸化アンモニウムとを添加し、好ましくは更にヒドロキシル基含有アミン化合物も添加し、その後攪拌することを特徴とする。

また、本発明の積層セラミックコンデンサ形成用導電ペーストは、上記の安定



な高濃度水性ニッケルスラリーからなることを特徴とする。

【0013】

【発明の実施の形態】

本発明の水性ニッケルスラリーにおいては、ニッケル微粉末がスラリー中に高濃度で安定に存在でき且つ積層セラミックコンデンサ形成用導電ペーストとして使用できるためには、ニッケル粒子の平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ であることが好ましく、 $0.2 \sim 0.6 \mu\text{m}$ であることが一層好ましい。

【0014】

安定な高濃度水性ニッケルスラリーを調製するために、最初に、何ら表面処理の施されていないニッケル微粉末と周知の種々の分散剤、界面活性剤とを用いて実験を繰り返したが、何れも不満足な結果しか得られなかった。それで、ニッケル粒子の表面を処理するか又は他の物質を固着させることを考え、種々の実験を繰り返した結果、ニッケル粒子表面に特定の物質を固着させておき、特定の物質を溶解した水中に分散させることにより満足し得る結果の得られる組合せを見いだした。

【0015】

本発明の水性ニッケルスラリーにおいては、個々のニッケル粒子表面に固着している不溶性無機酸化物としてシリカ、ジルコン、アルミナ、チタニア等を挙げることができる。これらの不溶性無機酸化物は個々のニッケル粒子の表面の一部に固着していても、或いはニッケル粒子の全表面に固着していても良い。固着させる方法としては、例えば、特開2000-282102号公報に記載されているように、不溶性無機酸化物超微粒子自体をニッケル粒子の表面に固着させることも、或いは不溶性無機酸化物の前駆化合物の水溶液から化学反応によって不溶性無機酸化物をニッケル粒子の表面に析出させて固着させることもできる。

【0016】

不溶性無機酸化物自体をニッケル粒子の表面に固着させる場合には、不溶性無機酸化物が超微粒子であり、その平均粒子径がニッケルの一次粒子径よりも限りなく小さいことが好ましく、例えば、 $50 \text{ nm}$ 以下であることが好ましく、 $10 \sim 40 \text{ nm}$ であることが一層好ましい。

## 【 0 0 1 7 】

本発明の水性ニッケルスラリーにおいては、不溶性無機酸化物の量はニッケル微粒子の質量を基準にして 0.05～10 質量%であることが好ましく、0.1～5 質量%であることが一層好ましく、0.5～2 質量%であることが最も好ましい。

## 【 0 0 1 8 】

本発明の水性ニッケルスラリーにおいては、ニッケル微粉末がスラリー中に高濃度で安定に存在できるためには、スラリーの水中にポリアクリル酸、そのエステル又はその塩（特にアンモニウム塩）と、有機基（例えばアルキル基、アリール基）置換水酸化アンモニウムとが溶解している必要がある。本発明の水性ニッケルスラリーにおいてこれらのポリアクリル酸系化合物と有機基置換水酸化アンモニウムとの併用が有効である理由については現在のところ不明であるが、多数の実験から見いだされた結果である。

## 【 0 0 1 9 】

本発明の水性ニッケルスラリーで用いることのできる有機基置換水酸化アンモニウムとして、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド、テトラブチルアンモニウムヒドロキシド等のアルキル基置換水酸化アンモニウム、トリメチルフェニルアンモニウムヒドロキシド、ベンジルトリメチルアンモニウムヒドロキシド等のアルキル基置換アリール基置換水酸化アンモニウム等を挙げることができる。

## 【 0 0 2 0 】

本発明の水性ニッケルスラリーにおいては、ポリアクリル酸系化合物の量はニッケル微粒子の質量を基準にして 0.05～5 質量%程度であることが好ましく、0.1～2 質量%程度であることが一層好ましい。また、有機基置換水酸化アンモニウムの量はポリアクリル酸系化合物の質量を基準にして 1～30 質量%程度であることが好ましく、5～20 質量%程度であることが一層好ましい。

## 【 0 0 2 1 】

本発明の水性ニッケルスラリーにおいては、スラリーの水中に上記のポリアクリル酸系化合物及び有機基置換水酸化アンモニウムを共存させることにより、水

性スラリー中に安定に分散できるニッケル微粉末の濃度をかなり高くすることができるが、スラリーの水中に更にヒドロキシル基含有アミン化合物を共存させることにより、水性スラリー中に安定に分散できるニッケル微粉末の濃度を一層高くすることができる。

## 【0022】

本発明の水性ニッケルスラリーで用いることのできるヒドロキシル基含有アミン化合物としてアルカノールアミン、特にジアルカノールアミン、例えばジエタノールアミンを挙げることができ、ヒドロキシル基含有アミン化合物の添加量はニッケル微粒子の質量を基準にして3～15質量%程度であることが好ましく、5～10質量%程度であることが一層好ましい。

## 【0023】

本発明の水性ニッケルスラリーにおいては、具体的には、水と、個々のニッケル粒子表面にシリカが固着しているニッケル微粉末と、ポリアクリル酸アンモニウムと、水酸化テトラアルキルアンモニウムとを含む場合、特に、水と、個々のニッケル粒子表面にシリカが固着しているニッケル微粉末と、ポリアクリル酸アンモニウムと、水酸化テトラアルキルアンモニウムと、イミノジエタノールとを含む場合に良好な結果が得られている。

## 【0024】

本発明の安定な高濃度水性ニッケルスラリーの製造方法は、個々のニッケル粒子表面に不溶性無機酸化物が固着しているニッケル微粉末を水中に分散させ、その中にポリアクリル酸系化合物と、有機基置換水酸化アンモニウムとを添加し、好ましくは更にヒドロキシル基含有アミン化合物も添加し、その後攪拌し、湿式解砕処理を実施し、所望により粗粒を除去することを特徴とする。

## 【0025】

この個々のニッケル粒子表面に不溶性無機酸化物が固着しているニッケル微粉末は、例えば、ニッケル微粉末を水中で解砕処理し、その中に不溶性無機酸化物超微粉末又はコロイダルシリカ等を添加し、解砕混合し、その後水分を除去して個々のニッケル粒子表面に不溶性無機酸化物超微粉末を固着させることにより得ることができる。

## 【 0 0 2 6 】

本発明の製造方法で得られる本発明の水性ニッケルスラリーにおいては、ニッケル濃度を 3 0 ~ 5 0 質量%程度にしても安定に維持することができる。また、本発明の水性ニッケルスラリーはそのまま積層セラミックコンデンサ形成用導電ペーストとして使用できる。

## 【 0 0 2 7 】

## 【実施例】

以下に実施例及び比較例に基づいて本発明を具体的に説明する。

## 実施例 1

大型攪拌翼を備えた容量 2 0 L の容器に純水 6 5 0 0 g を入れ、攪拌速度 2 0 0 r p m で攪拌しながら、一次粒子径 0 . 2  $\mu$  m のニッケル微粉末（三井金属鉱業社製）3 5 0 0 g を徐々に添加し、2 0 分間攪拌した後、2 0 質量%のコロイダルシリカ（スノーテックス O、日産化学社製）1 7 5 g を添加し、更に 2 0 分間攪拌した。

## 【 0 0 2 8 】

次に、ビーズミルを用いてこのニッケル微粒子とコロイダルシリカとを含む分散液の連続解砕混合を実施した。この時の条件は、フィード速度：0 . 2 L / m i n、周速：1 3 m / s e c、メディア：0 . 8 m m  $\phi$  ジルコニウムボール、パス回数：3 回とした。

## 【 0 0 2 9 】

次に、この得られたスラリーを 1 2 0  $^{\circ}$  C で 2 4 時間乾燥処理して、各々のニッケル微粒子の表面にシリカを固着させた。このシリカを固着した乾燥体をミキサーで解砕処理した後、2 0  $\mu$  m 目開きの振動篩にかけて微粉末を得た。この微粉末を便宜上ニッケル微粉末 A と呼ぶ。

## 【 0 0 3 0 】

一方、1 L のビーカーにジエタノールアミン（和光純薬工業社製）3 8 0 g、4 4 % ポリアクリル酸アンモニウム溶液（和光純薬工業社製）4 6 g、1 5 % テトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液（和光純薬工業社製）1 4 g 及び純水 5 6 0 g を入れ、マグネチックスターラーで良く攪拌して溶液とした。この溶液

を便宜上分散助剤Xとする。

【0031】

大型攪拌翼を備えた容量20Lの容器に純水5750gを入れ、攪拌速度200rpmで攪拌しながら、ニッケル微粉末A3500gを徐々に添加し、20分間攪拌した後、分散助剤X750gを添加し、更に20分間攪拌して均一なスラリーを得た。

次に、ビーズミルを用いてこのスラリーの連続解砕混合を実施した。この時の条件は、フィード速度：0.2L/min、周速：13m/sec、メディア：0.8mmφジルコニウムボール、パス回数：5回とした。

【0032】

この得られたスラリーを大型攪拌翼を備えた容量50Lの容器に入れ、更に純水25000gを加え、攪拌速度200rpmで攪拌して、ニッケル濃度10質量%のスラリーを得た。このスラリーをアドバンテック東洋社製カートリッジ式フィルターTCW-1-ESP、TCPD-3-S1FE、TCPD-02A-S1FE、及びMCP-HX-E10Sにこの順序で順次通過させて粗粒を除去した。

【0033】

この得られたスラリーを24時間静置し、ニッケル濃度が35質量%になるように上澄み液を除去して、ニッケル濃度35質量%の水性ニッケルスラリーを得た。

得られた水性ニッケルスラリーは、ミリポア社製マイレクスSV25（孔径5μm）のフィルターを10ml通過することが可能であり、粗粒の無い、高分散水性ニッケルスラリーであることが確認された。

【0034】

実施例2

大型攪拌翼を備えた容量20Lの容器に純水6500gを入れ、攪拌速度200rpmで攪拌しながら、一次粒子径0.2μmのニッケル微粉末（三井金属鉱業社製）3500gを徐々に添加し、20分間攪拌した後、20質量%のコロイダルシリカ（スノーテックスO、日産化学社製）175gを添加し、更に20分

間攪拌した。

【0035】

次に、特殊機化工業社製T. K. フィルミックス (FM-80-100) を用いてこのニッケル微粒子とコロイダルシリカとを含む分散液の連続解砕混合を実施した。この時の条件は、フィード速度： $0.2\text{ L/min}$ 、周速： $50\text{ m/sec}$ 、パス回数：1回とした。

【0036】

次に、この得られたスラリーを $120^{\circ}\text{C}$ で24時間乾燥処理して、各々のニッケル微粒子の表面にシリカを固着させた。このシリカを固着した乾燥体をミキサーで解砕処理した後、 $20\text{ }\mu\text{m}$ 目開きの振動篩にかけて微粉末を得た。この微粉末を便宜上ニッケル微粉末Bと呼ぶ。

【0037】

一方、1Lのビーカーにジエタノールアミン (和光純薬工業社製)  $380\text{ g}$ 、44%ポリアクリル酸アンモニウム溶液 (和光純薬工業社製)  $46\text{ g}$ 、15%テトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液 (和光純薬工業社製)  $14\text{ g}$  及び純水  $560\text{ g}$  を入れ、マグネチックスターラーで良く攪拌して溶液とした。この溶液を便宜上分散助剤Xとする。

【0038】

大型攪拌翼を備えた容量 $20\text{ L}$ の容器に純水 $5750\text{ g}$ を入れ、攪拌速度 $200\text{ rpm}$ で攪拌しながら、ニッケル微粉末B $3500\text{ g}$ を徐々に添加し、20分間攪拌した後、分散助剤X $750\text{ g}$ を添加し、更に20分間攪拌して均一なスラリーを得た。

次に、特殊機化工業社製T. K. フィルミックス (FM-80-100) を用いてこのスラリーの連続解砕混合を実施した。この時の条件は、フィード速度： $0.2\text{ L/min}$ 、周速： $50\text{ m/sec}$ 、パス回数：5回とした。

【0039】

この得られたスラリーを大型攪拌翼を備えた容量 $50\text{ L}$ の容器に入れ、更に純水 $25000\text{ g}$ を加え、攪拌速度 $200\text{ rpm}$ で攪拌して、ニッケル濃度10質量%のスラリーを得た。このスラリーをアドバンテック東洋社製カートリッジ式

フィルターTCW-1-ESP、TCPD-3-S1FE、TCPD-02A-S1FE、及びMCP-HX-E10Sにこの順序で順次通過させて粗粒を除去した。

【0040】

この得られたスラリーを24時間静置し、ニッケル濃度が35質量%になるように上澄み液を除去して、ニッケル濃度35質量%の水性ニッケルスラリーを得た。

得られた水性ニッケルスラリーは、ミリポア社製マイレクスSV25（孔径5 $\mu$ m）のフィルターを40ml通過することが可能であり、粗粒の無い、高分散水性ニッケルスラリーであることが確認された。

【0041】

実施例3

実施例1に記載の方法に従ってニッケル微粉末Aを調製し、次いでそのニッケル微粉末Aを用いて実施例2に記載の方法に従ってニッケル濃度35質量%の水性ニッケルスラリーを調製した。

得られた水性ニッケルスラリーは、ミリポア社製マイレクスSV25（孔径5 $\mu$ m）のフィルターを20ml通過することが可能であり、粗粒の無い、高分散水性ニッケルスラリーであることが確認された。

【0042】

実施例4

実施例2に記載の方法に従ってニッケル濃度10質量%のスラリーを得、次いで実施例2に記載の方法に従って粗粒を除去した。

得られたスラリーを24時間静置し、ニッケル濃度が50質量%になるように上澄み液を除去してニッケル濃度50質量%の水性ニッケルスラリーを得た。

得られた水性ニッケルスラリーは、ミリポア社製マイレクスSV25（孔径5 $\mu$ m）のフィルターを20ml通過することが可能であり、粗粒の無い、高分散水性ニッケルスラリーであることが確認された。

【0043】

比較例1

分散助剤Xを使用しなかった以外は実施例1と同様に操作し、粗粒除去前のスラリーを得た。

このスラリーを実施例1と同様にしてアドバンテック東洋社製カートリッジ式フィルターTCW-1-ESP、TCPD-3-S1FE、TCPD-02A-S1FE、及びMCP-HX-E10Sにこの順序で順次通過させて粗粒を除去しようとしたが、TCPD-02A-S1FEのフィルターは全く通過できなかった。TCPD-3-S1FEのフィルターを通過したスラリーをミリポア社製マイレクスSV25（孔径 $5\mu\text{m}$ ）のフィルターで評価しようとしたが、濃度が低いにも関わらず、スラリーは全く通過することができなかった。

#### 【0044】

##### 比較例2

大型攪拌翼を備えた容量20Lの容器に純水6500gを入れ、攪拌速度200rpmで攪拌しながら、一次粒子径 $0.2\mu\text{m}$ のニッケル微粉末（三井金属鉱業社製）3500gを徐々に添加し、20分間攪拌した後、20質量%のコロイダルシリカ（スノーテックスO、日産化学社製）175gを添加し、更に20分間攪拌した。

#### 【0045】

次に、特殊機化工業社製T. K. フィルミックス（FM-80-100）を用いてこのニッケル微粒子とコロイダルシリカとを含む分散液の連続解砕混合を実施した。この時の条件は、フィード速度： $0.2\text{L}/\text{min}$ 、周速： $50\text{m}/\text{sec}$ 、パス回数：1回とした。このようにしてニッケルスラリーを得た。このスラリーを便宜上ニッケルスラリーCと呼ぶ。

#### 【0046】

一方、1Lのビーカーにジエタノールアミン（和光純薬工業社製）380g、44%ポリアクリル酸アンモニウム溶液（和光純薬工業社製）46g、15%テトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液（和光純薬工業社製）14g及び純水560gを入れ、マグネチックスターラーで良く攪拌して溶液とした。この溶液を便宜上分散助剤Xとする。

#### 【0047】



大型攪拌翼を備えた容量 2 0 L の容器にニッケルスラリー C 1 0 0 0 0 g を入れ、攪拌速度 2 0 0 r p m で攪拌しながら、分散助剤 X 7 5 0 g を添加し、2 0 分間攪拌して均一なスラリーとした。

次に、特殊機化工業社製 T. K. フィルミックス (FM-80-100) を用いてこのスラリーの連続解砕混合を実施した。この時の条件は、フィード速度：0. 2 L / m i n、周速：5 0 m / s e c、パス回数：5 回とした。

#### 【0048】

この得られたスラリーを大型攪拌翼を備えた容量 5 0 L の容器に入れ、更に純水 2 4 2 5 0 g を加え、攪拌速度 2 0 0 r p m で攪拌して、ニッケル濃度 1 0 質量% のスラリーを得た。このスラリーをアドバンテック東洋社製カートリッジ式フィルター TCW-1-ESP、TCPD-3-S1FE、TCPD-02A-S1FE、及び MCP-HX-E10S にこの順序で順次通過させて粗粒を除去しようとしたが、MCP-HX-E10S のフィルターは全く通過できなかった。TCPD-02A-S1FE のフィルターを通過したスラリーをミリポア社製マイレクス SV25 (孔径 5  $\mu$ m) のフィルターで評価しようとしたが、濃度が低いにも関わらず、スラリーは全く通過することができなかった。

#### 【0049】

##### 【発明の効果】

本発明の水性ニッケルスラリーは、ニッケル微粉末が高濃度で安定に分散しており、そのまま積層セラミックコンデンサ形成用導電ペーストとして使用することができる。また、本発明の製造方法により、このように高濃度で安定に分散し水性ニッケルスラリーを製造することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ニッケル微粉末が高濃度で安定に分散しており、積層セラミックコンデンサ形成用導電ペーストとして使用できる水性ニッケルスラリー、その製造方法及び積層セラミックコンデンサ形成用導電ペーストを提供すること。

【解決手段】 水と、個々のニッケル粒子表面に不溶性無機酸化物が固着しているニッケル微粉末と、ポリアクリル酸、そのエステル又はその塩と、有機基置換水酸化アンモニウムとを含み、更に任意成分としてヒドロキシル基含有アミン化合物を含む安定な高濃度水性ニッケルスラリー、その製造方法及び該水性ニッケルスラリーからなる積層セラミックコンデンサ形成用導電ペースト。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000006183]

1. 変更年月日 1999年 1月12日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 東京都品川区大崎1丁目11番1号  
氏 名 三井金属鉱業株式会社